

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 02-288803

(43)Date of publication of application : 28.11.1990

(51)Int.Cl.

A01N 25/12

(21)Application number : 63-327200

(71)Applicant : NISSAN CHEM IND LTD

(22)Date of filing : 24.12.1988

(72)Inventor : KASAI YUTAKA  
FUJINAWA SHOJI  
KAMAKI SHIRO  
SUZUKI KOICHI  
SHIRAI YUTA  
IGAI TAKASHI

(30)Priority

Priority number : 36233176  
36332147

Priority date : 26.12.1987  
20.12.1988

Priority country : JP

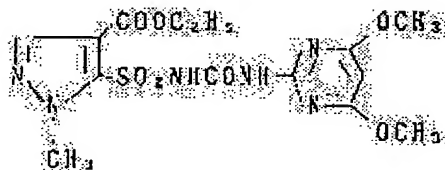
JP

## (54) GRANULE FOR PADDY FIELD HERBICIDE HAVING SUSTAINED RELEASE

(57)Abstract:

**PURPOSE:** To obtain the title granule having both sustained release and promotion, showing excellent herbicidal effects on whole weeds in paddy fields, containing a granulated substance comprising a sulfonylurea-based herbicidal active compound, etc., and a herbicidal active compound showing effects on Decan grass in the same granules.

**CONSTITUTION:** Paraffin wax solid at normal temperature, such as petroleum-based solid paraffin wax is heated and melted at the melting point thereof, uniformly blended with a sulfonylurea-based herbicidal active compound such as compound shown by the formula and clay minerals such as  $\text{CaCO}_3$  and granulated to form a granulated substance having 0.1-0.7mm particle diameters, which is uniformly mixed with a herbicidal active compound showing effects on Decan grass of weed in paddy field, such as oxadiazon, clay minerals such as bentonite and talc, etc., and a surfactant such as polyoxyethylene nonyl phenyl ether and granulated to give the aimed granule. The granule has no phytotoxicity to paddy rice plants, long residual effects and maintains long herbicidal effects for a long period of time and the active ingredients in the granule during preservation will not decompose for a long period of time.



⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平2-288803

⑬ Int. Cl.<sup>5</sup>  
A 01 N 25/12

識別記号 庁内整理番号  
7043-4H

⑭ 公開 平成2年(1990)11月28日

審査請求 未請求 請求項の数 7 (全10頁)

⑮ 発明の名称 放出制御された水田除草用粒剤

⑯ 特 願 昭63-327200

⑰ 出 願 昭63(1988)12月24日

優先権主張 ⑱ 昭62(1987)12月26日 ⑲ 日本(JP) ⑳ 特願 昭62-331760

㉑ 発 明 者 葛 西 豊 千葉県船橋市坪井町722番地1 日産化学工業株式会社中央研究所内

㉒ 発 明 者 藤 縄 昭 二 千葉県船橋市坪井町722番地1 日産化学工業株式会社中央研究所内

㉓ 発 明 者 鎌 木 史 朗 千葉県船橋市坪井町722番地1 日産化学工業株式会社中央研究所内

㉔ 発 明 者 鈴木 宏 一 埼玉県南埼玉郡白岡町大字白岡1470 日産化学工業株式会社生物科学研究所内

㉕ 出 願 人 日産化学工業株式会社 東京都千代田区神田錦町3丁目7番地1  
最終頁に続く

明 細 書

1. 発明の名称

放出制御された水田除草用粒剤

2. 特許請求の範囲

(1) 下記の①、②、③および④の各物質を含有してなる放出制御された水田除草用粒剤。

① スルホニルウレア系除草活性化合物、粘土鉱物および常温で固状のパラフィンワックスからなる造粒物

② 水田雑草のヒエに効力を示す除草活性化合物

③ 粘土鉱物

④ 界面活性剤

(2) 水田除草用粒剤において、スルホニルウレア系除草活性化合物の含有量が0.01～1重量%である特許請求の範囲第1項記載の水田除草用粒剤。

(3) 水田用除草粒剤において、造粒物の含有量が0.1～10重量%である特許請求の範囲第1項記載の水田除草用粒剤。

(4) 造粒物の粒子径が、約0.1～0.7mmである特許請求の範囲第1項記載の水田用除草用粒剤。

(5) スルホニルウレア系除草活性化合物が、N-〔(4,6-ジメトキシピリミジン-2-イル)アミノカルボニル]-4-エトキシカルボニル-1-メチルピラゾール-5-スルホンアミドである特許請求の範囲第1項記載の放出制御された水田除草用粒剤。

(6) スルホニルウレア系除草活性化合物が、メチル-2-〔〔〔(4,6-ジメトキシピリミジン-2-イル)アミノ)カルボニル]アミノ]スルホニル]メチル]ベンゾエートである特許請求の範囲第1項記載の放出制御された水田除草用粒剤。

(7) 常温で固状のパラフィンワックスを、その融点以上に加熱溶解し、スルホニルウレア系除草活性化合物および粘土鉱物を均一に混合し造粒して微粒の造粒物を得て、次いで該造粒物と、水田雑草のヒエに効力を示す除草活性化合物、粘土鉱物および界面活性剤とを均一に混合し造粒することを特徴とする放出制御された水田除草用粒剤の製造方法。

## 3. 発明の詳細な説明

## 〔産業上の利用分野〕

本発明は、新規な放出制御された水田除草用粒剤に関するもので、更に詳しくはスルホニルウレア系除草活性化化合物と水田雑草のヒエに効力を示す除草活性化化合物とを同時に同一粒内に含有する放出制御された水田除草用粒剤および該水田除草用粒剤の製造方法に関するものである。

## 〔従来の技術及び問題点〕

従来、水田雑草の除草剤としては、その製剤の形態は種々あるが、その使用の容易性等より粒剤の形態のものが一般的に多く使用されている。

水田除草用粒剤において、除草活性化化合物の水中への放出制御としての技術は2種類あり、ひとつは活性化化合物の水中への放出を促進すること、他方はその放出を抑制することである。

前者は、除草活性化化合物を、水中への放出をできるだけ促進することによって目的の雑草の枯殺を図るものであり、例えば水田の主要雑草のひとつであるヒエに効力を示す除草活性化化合物を含有す

る粒剤がある。

後者は、例えば殺草効力の強い除草活性化化合物の場合であり、前者とは逆にその放出を抑制することによって、水田に対し被害を少なくし、目的の雑草の枯殺を図るものである。

しかしながら、水田除草用粒剤において、その粒剤内に2種類以上の除草活性化化合物を包含し、1種の除草活性化化合物が放出を抑制され且つ他種の除草活性化化合物が放出を促進するように放出制御された水田除草用粒剤は、全く知られていない。一般的に、優れた水田除草用粒剤としては、

- (1) 水田に対して被害が生じない
- (2) ヒエを含めた水田のすべての雑草に対して優れた除草効果がある。
- (3) 残効性が長い。すなわち、上記(2)の効果が長期間にわたり持続する。
- (4) 貯蔵中の粒剤の有効成分が長期間にわたって分解しない。

上記のような効果を同時に具備した粒剤が、全く理想的なものであり強く要望されている。

## 〔問題点を解決するための手段〕

本発明は、新規な放出制御された水田除草用粒剤に関するもので、更に詳しくは、スルホニルウレア系除草活性化化合物と水田雑草のヒエに効力を示す除草活性化化合物とを同時に同一粒内に含有する放出制御された水田除草用粒剤に関するものである。

本発明において、放出制御とは、2種以上の除草活性化化合物の一方を放出抑制し、他方を放出促進することの両方を兼ね備えていることを意味するものである。

すなわち、本発明の水田除草用粒剤は、スルホニルウレア系除草活性化化合物の放出抑制と水田雑草のヒエに効力を示す除草活性化化合物の放出促進との両方の機能を同一粒剤内に有しているものである。

スルホニルウレア系除草活性化化合物は、本発明の粒剤における含有量は少ないが、その除草活性が極めて高く、通常の粒剤で施用するとその活性化化合物が速やかに水田水中へ溶解され、そのために

水田の被害が生じたり、漏水によって活性化化合物が水田より流去してしまう。したがって、水田水中への放出をできるだけ少量ずつ徐々に行うようにすることが重要である。

またスルホニルウレア系除草活性化化合物は、極めて少量でほとんどの水田雑草に対して高い除草効力を有しているが、水田の主要雑草であるヒエに対してはその効力が不足している。したがって、スルホニルウレア系除草活性化化合物とヒエに効力を示す除草活性化化合物とを同時に同一粒内に含有する除草粒剤が必要となってきた。

水田におけるヒエの防除時期の観点からみて、ヒエに効力を示す除草活性化化合物は水田水中へ速やかに放出促進させる必要がある。

すなわち水田除草用粒剤内において一方の活性化化合物の放出抑制と他方の活性化化合物の放出促進との両方を兼ね備えている粒剤の開発が必要となり、本発明者らは種々研究した結果、本発明を完成したものである。

すなわち、本発明は、下記の①、②、③および④の各物質を含有してなる放出制御された水田除草用粒剤および該水田除草用粒剤の製造方法に関するものである。

- ①スルホニルウレア系除草活性化合物、粘土鉱物および常温で固状のパラフィンワックスからなる造粒物
- ②水田雑草のヒエに効力を示す除草活性化合物
- ③粘土鉱物
- ④界面活性剤

本発明の水田除草用粒剤の製造方法は、下記のとおりである。

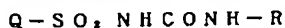
常温で固状のパラフィンワックスを、その融点以上に加熱溶融し、スルホニルウレア系除草活性化合物および粘土鉱物を均一に混合し造粒して微粒の造粒物を得て、次いで該造粒物と、水田雑草のヒエに効力を示す除草活性化合物、粘土鉱物および界面活性剤とを均一に混合し造粒することを特徴とする放出制御された水田除草用粒剤の製造方法である。

7

本発明において、粘土鉱物は特に限定されるものではなく、例えばクレー、タルク、ベントナイト、珪藻土、炭酸カルシウム、ホワイトカーボンなどの通常の固体阻体が挙げられる。

常温で固状のパラフィンワックスとしては、特に限定されるものではないが例えば、通常の石油系固型パラフィンワックス、木燭、蜜燭、カルナバ燭などが挙げられ、好ましくは石油系固型パラフィンワックスであり、イソパラフィン、ノルマルパラフィンまたはこれらの混合物でその融点の範囲が50～95℃のものが適当である。

スルホニルウレア系除草活性成分としては、特に限定されるものではないが例えば次式：



(式中、Qは、各種の置換基で置換されていてもよいフェニル基、ベンジル基もしくは複素環基を示し、Rは、各種の置換基で置換されていてもよいピリミジル基もしくはトリアジル基を示す。)で表される誘導体が挙げられ、具体的には例えばN-[(4,6-ジメトキシピリミジン-2-イ

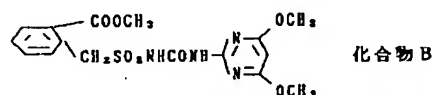
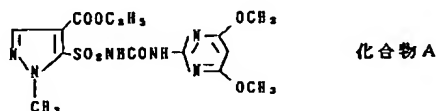
本発明の水田除草用粒剤を水田に施用すると、次のような効果を有している。

- (1) 水稻に対する被害が極めて少ない。
- (2) ヒエを含めた水田のすべての雑草に対して優れた除草効果がある。
- (3) 強効性が長い。すなわち、上記(2)の効果が長期間にわたり持続する。
- (4) 貯蔵中の粒剤の有効成分が長期間にわたって分解しない。

上記のような効果を同時に具備した水田除草用粒剤は、全く理想的なものであり本発明の水田除草用粒剤は、これを完全に達成し得たものである。本発明の水田除草用粒剤を水田に施用すると、まずヒエに効力を示す除草活性化合物が粒剤内から水田水中へ速やかに放出促進され、主要雑草のひとつであるヒエを枯殺し、同時に除草効力の高いスルホニルウレア系除草活性化合物が少量ずつ徐々に放出するように放出抑制することによって、水稻に対して被害が生じることなく且つ除草効力の期間を長くすることができる。

8

ル)アミノカルボニル]-4-エトキシカルボニル-1-メチルピラゾール-5-スルホンアミド(以下、化合物Aと略称する。)、メチル-2-[(4,6-ジメトキシピリミジン-2-イル)アミノ]カルボニル)アミノ]スルホニル)メチル)ベンゾエート(以下、化合物Bと略称する。)などが挙げられる。



本発明の粒剤中におけるスルホニルウレア系除草活性成分の含有量は特に限定されるものではないが、通常0.01～1重量%の範囲が好ましい。

本発明粒剤中における界面活性剤は、スルホニルウレア系除草活性成分を含有する造粒物の水中拡散およびヒエに効力を示す除草活性化合物の放出促進のために必要であり、例えば、アルキルベンゼンスルホン酸塩、ポリオキシエチレンアルキルアリルエーテル、リグニンスルホン酸塩、アルキルスルホコハク酸塩、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ナフタレンスルホン酸塩、ポリオキシエチレンアルキルアリルエーテル硫酸塩、アルキルアミン塩、トリポリリン酸塩などが挙げられ、粒剤中におけるこれらの界面活性剤の含有量は特に限定されるものではないが、通常0.05~10重量%の範囲が好ましい。

水田雑草のヒエに効力を示す除草活性化合物は、特に限定されるものではないが、例えば下記のような化合物が挙げられる。

① N-(0,0-ジイソプロピル-ジチオホスホリル-アセチル)-2-メチル-ビベリジン(以下、ビベロフォスと称す。)

② 3-(2,4-ジクロロ-5-イソプロポキシフェニル)-5-ターシャリブチル-1,3,4-オキサジアゾール-2(3H)-オン(以下、オキサジアゾンと称す。)

③ 2,4-ジクロロ-3'-メトキシ-4'-ニトロジフェニルエーテル(以下、クロロメトキシニルと称す。)

④ 2,4,6-トリクロロ-4'-ニトロジフェニルエーテル(以下、CNPと称す。)

⑤ 2,4-ジクロロフェニル-3-メトキシカルボニル-4'-ニトロフェニルエーテル(以下、ビフェノクスと称す。)

⑥ 3-(2-ニトロ-5-(2-クロロ-4-トリフルオロメチルフェノキシ)-フェノキシ)-テトラヒドロフラン(以下、MT-124と称す。)

⑦ S-(4-クロロベンジル)N,N-ジエチルチオールカーバメート(以下、ベンチオカーブと称す。)

⑧ S-エチル-N,N-ヘキサメチレンチオールカーバメート(以下、モリネートと称す。)

⑨ S-1-エチル-プロピル-N,N-ヘキサメチレンチオールカーバメート(以下、バイラムと称す。)

11

⑩ S-イソプロピル-N,N-ヘキサメチレンチオールカーバメート(以下、イソプロビレートと称す。)

⑪ S-(1-メチル-1-フェネチル)-ビベリジン-1-カルボチオエート(以下、ジメビベレートと称す。)

⑫ 1-( $\alpha$ ,  $\alpha$ -ジメチルベンジル)-3-p-トリウレア(以下、ダイムロンと称す。)

⑬ 4-エトキシ-メトキシ-ベンズ-2',3'-ジクロロアニリド(以下、HM-52と称す。)

⑭ S-ベンジル-N-エチル-N-(1,2-ジメチルプロピル)チオールカーバメート(以下、エスプロカルブと称す。)

⑮ S-ベンジル-N-ジ-n-プロピルチオールカーバメート(以下、SC-5574と称す。)

⑯ N-ブトキシメチル-2,6-ジエチル- $\alpha$ -クロロアセトアニリド(以下、ブタクロールと称す。)

⑰ 2-クロロ-2',6'-ジエチル-N-(n-プロポキシエチル)アセトアニリド(以下、プレチラクロールと称す。)

⑱ N-(2'-(3'-メトキシ)-チエニルメチル)

12

-2,6-ジメチル- $\alpha$ -クロロアセトアニリド(以下、NSK-850と称す。)

⑲ 2',6'-ジエチル-N-[(2-シス-ブテノキシ)メチル]-2-クロロアセトアニリド(以下、KH-218と称す。)

⑳ 4-(2,4-ジクロロベンゾイル)-1,3-ジメチルピラゾール-5-イル-p-トルエンスルホネート(以下、ピラゾレートと称す。)

㉑ 1,3-ジメチル-4-(2,4-ジクロロベンゾイル)-5-フェナシルオキシ-ピラゾール(以下、ピラジキシフェンと称す。)

㉒ 2-[4-(2,4-ジクロロ-n-トリオイル)1,3-ジメチルピラゾール-5-イルオキシ]-4'-メチルアセトフェノン(以下、ピラゾフェナップと称す。)

㉓ 3,7-ジクロロ-8-キノリンカルボン酸(以下、キンクロラックと称す。)

㉔ O-(3-ターシャリブチルフェニル)-N-(6-メトキシ-2-ピリジル)-N-メチルチオールカーバメート(以下、TSH-888と称す。)

④ 1-(2-クロロベンジル)-3-( $\alpha$ ,  $\alpha$ -ジメチルベンジル) 尿素(以下、JC-940と称す。)

本発明の粒剤において、上記の水田雑草のヒエに効力を示す除草活性化合物は、単独または2種以上を含有してもよい。この含有量は特に限定されるものではないが、通常0.01~15重量%の範囲が好ましい。

また、本発明の水田用除草粒剤において、造粒物の含有量は特に限定されるものではないが、0.1~10重量%の範囲が好ましい。

その造粒物の粒子径としては、約0.1~0.7mmの範囲が好ましい。この粒子径が、この範囲よりも小さくなると活性成分が出やすくなり、比較的短時間で放出してしまい、一方この範囲よりも大きくなると活性成分の放出が抑制され充分な除草効果が得られにくくなる。

(以下、余白)

次に本発明の実施例および試験例を具体的に挙げて説明する。但し本発明はこれらの実施例および試験例のみに限定されるものではない。

以下の部は、すべて重量部を意味する。

なお、以下の実施例、比較例および試験例において用いた有効成分化合物は下記のとおりである。

(1) N-〔(4, 6-ジメトキシピリミジン-2-イル) アミノカルボニル]-4-エトキシカルボニル-1-メチルピラゾール-5-スルホンアミド(以下、化合物Aと略称する。)

(2) メチル-2-〔〔〔〔(4, 6-ジメトキシピリミジン-2-イル) アミノ〕カルボニル〕アミノ〕スルホニル〕メチル〕ベンゾエート(以下、化合物Bと略称する。)

(3) 3-(2,4-ジクロロ-5-イソプロボキシフェニル)-5-ターシャリブチル-1,3,4-オキサジアゾール-2(3H)-オン(オキサジアゾン)

(以下、化合物②と略称する。)

1 5

(4) 2-クロル-2', 6'-ジエチル-N-(n-プロボキシエチル) アセトアニリド(フレチラクロール)(以下、化合物③と略称する。)

(5) 4-(2,4-ジクロロベンゾイル)-1,3-ジメチルピラゾール-5-イル-p-トルエンスルホネート(以下、化合物④と略称する。)

(6) 3,7-ジクロロ-8-キノリンカルボン酸(キノクロラック)(以下、化合物⑤と略称する。)

#### 実施例1

約5ミクロン程度に微粉碎した化合物A 7部を、約80℃で溶融した石油系パラフィンワックス(融点69~72℃)100部の中に少しずつ添加し、ホモミキサーで混合攪拌し化合物Aを均一に分散させた。

ついで微粉末の炭酸カルシウム63部を少しずつ添加し、攪拌して分散させた。

これらの混合物を60℃まで冷却し、これを直径0.5mmスクリーンの押し出し造粒機にて造粒し、

1 6

これをビンミルで粉碎して、本発明の造粒物を得た。

#### 実施例2

実施例1で得た造粒物の粒子径0.1~0.3mmのものを1.70部と、微粉碎した化合物② 1.0部、ポリオキシエチレンニルフェニルエーテル5部、リグニンスルホン酸ソーダ1部、ベントナイト50部、タルク41.3部とともに混合し、更に適量の水を加えて混練し、直径0.9mmのスクリーンにて押し出し造粒し、50℃にて2時間乾燥後、14~32メッシュの篩でふるい分け、化合物Aおよび化合物②を含有する本発明の水田除草用粒剤を得た。

#### 実施例3

実施例1で得た造粒物の粒子径0.1~0.3mmのものを1.70部と、微粉碎した化合物④ 5部、ポリオキシエチレンニルフェニルエーテル2部、トリポリリン酸ソーダ1部、ベントナイト30部、クレ-60.3部とともに混合し、更に適量の水を加えて混練し、直径0.9mmのスクリーンにて押し出し造粒し、50℃にて2時間乾燥後、14~32メッシュで

ふるい分け、化合物Aおよび化合物②を含有する本発明の水田除草用粒剤を得た。

#### 実施例 4

実施例 1 で得た造粒物の粒子径 0.1 ~ 0.3mm のもの 1.70 部と、微粉砕した化合物② 1.0 部、化合物④ 2.0 部、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル 5 部、リグニンスルホン酸ソーダ 1 部、ベントナイト 40 部、タルク 49.3 部とともに混合し、更に適量の水を加えて混練し、直径 0.9mm のスクリーンにて押し出し造粒し、50℃にて 2 時間乾燥後、14~32メッシュの篩でふるい分け、化合物 A、化合物②および化合物④を含有する本発明の水田除草用粒剤を得た。

#### 実施例 5

実施例 1 において、化合物 A 7 部を化合物 B 25 部に代え、炭酸カルシウム 63 部を 100 部に代えたこと以外は実施例 1 と同様に操作して、化合物 B を含有する本発明の造粒物を得た。

#### 実施例 6

実施例 5 で得た造粒物の粒子径 0.1 ~ 0.3mm のもの 2.25 部と、微粉砕した化合物② 1.0 部、ジオクチルスルホコハク酸ソーダ 0.5 部、ベントナイト 30 部、リグニンスルホン酸ソーダ 2 部、タルク 64.25 部とともに混合し、更に適量の水を加えて混練し、直径 0.9mm のスクリーンにて押し出し造粒し、50℃にて 2 時間乾燥後、14~32メッシュの篩でふるい分け、化合物 B および化合物②を含有する本発明の水田除草用粒剤を得た。

(以下、余白)

#### 比較例 1

微粉砕した化合物 A 0.07 部、微粉砕した化合物② 1.0 部、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル 5 部、リグニンスルホン酸ソーダ 1 部、ベントナイト 50 部、タルク 42.93 部とともに混合し、更に適量の水を加えて混練し、直径 0.9mm のスクリーンにて押し出し造粒し、50℃にて 2 時間乾燥後、14~32メッシュでふるい分け、化合物 A および化合物②を含有する水田除草用粒剤を得た。

#### 比較例 2

微粉砕した化合物 A 0.07 部、微粉砕した化合物② 5.0 部、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル 2 部、トリポリリン酸ソーダ 1 部、ベントナイト 30 部、クレー 61.93 部とともに混合し、更に適量の水を加えて混練し、直径 0.9mm のスクリーンにて押し出し造粒し、50℃にて 2 時間乾燥後、14~32メッシュでふるい分け、化合物 A および化合物②を含有する水田除草用粒剤を得た。

#### 比較例 3

比較例 2 において、化合物 A 0.07 部を化合物 B 0.25 部に代え、化合物② 5.0 部を化合物④ 1 部に代え、クレー 61.93 部を 65.75 部に代えたこと以外は比較例 2 と同様に操作して、化合物 B および化合物④を含有する水田除草用粒剤を得た。

(以下、余白)

次に上記の各製剤を用いて虚待試験を行い本発明の農薬粒剤の安定化の効果を調べた。

#### 試験例1. 虚待試験

実施例2、実施例3および比較例1で得られた各製剤を、内栓付きガラスサンプルビンに入れて、これらを50℃の恒温器内に設置し、14日間保存して虚待試験を行った。

試験前および試験後の各製剤サンプル中の各除草活性成分の含有量を測定して、経時変化率（分解率）を算出した。

$$\text{経時変化率（分解率）\%} = \frac{R - S}{R} \times 100$$

R：虚待試験前のサンプル中の活性成分の含有量

S：虚待試験後のサンプル中の活性成分の含有量

活性成分の含有量は、液体クロマトグラフィーによる内部標準法により定量した。

この試験の結果を第1表に示す。

第1表（経時変化率（分解率）\%）

試験品名	化合物A	化合物②	化合物③
実施例2	0	0	
実施例3	0.2		0
比較例1	48.6	0	

第1表の結果より明らかなとおり実施例2および実施例3で得られた本発明の粒剤では化合物Aの分解が、ほとんどなく極めて安定であるが、一方、比較例1で得られた従来の粒剤では分解が極めて著しく実用面からみて不適なものといえる。

（以下、余白）

23

#### 試験例2. 製剤（実施例および比較例の粒剤）の経時的水中溶出濃度の測定試験

試験器として5連式恒温攪拌槽（新東科学株式会社製）を用い、水温30℃±0.5℃に、攪拌回転速度30rpmに設定した。この試験器を用いて以下の試験を行った。

1ℓビーカーに硬水（3度）を1ℓ入れて、試験粒剤の1gを投入した。

この1ℓビーカーを上記試験器に設置した。その後、1日経過時に約3ccを採水して、有効成分の濃度を液体クロマトグラフで測定した。

上記の1日経過時の採水の後、1ℓビーカー中の硬水のみを全量抜いて新たな硬水を1ℓ入れた。

この操作を1日経過毎に繰り返した。この試験の目的は、実際の水田における入水および落水の繰り返し並びに潮水を想定して行ったものである。

結果を第2表に示す。

24

第2表中の放出率の算出は下記の式に従って行った。

$$\text{放出率(\%)} = \frac{\text{水中の有効成分含有量(放出量)}}{\text{被検粒剤中の有効成分含有量}} \times 100$$

第2表（放出率(\%)）

実施例2の粒剤について

経過日数	化合物A	化合物②
1	39.0	76.8
2	4.3	13.1
3	3.8	5.8
6	3.3	0.4
8	3.4	0.2
10	3.3	0.2
12	3.5	0.2
14	3.2	0.2

実施例3の粒剤について

経過日数	化合物A	化合物②
1	40.7	89.7
2	6.0	6.9
3	3.6	0.9
6	3.3	0.2
8	3.7	0.2
10	3.5	0.2
12	3.0	0.2
14	3.2	0.2

25

26



実施例 4 の粒剤について

経過日数	化合物 A	化合物②	化合物③
1	38.6	84.3	62.7
2	4.4	9.7	12.9
3	1.8	3.8	9.4
6	1.7	2.2	1.8
8	1.9	0	0.3
10	1.7	0	0.2
12	1.8	0	0.3
14	1.7	0	0.3

実施例 6 の粒剤について

経過日数	化合物 B	化合物②
1	32.4	98.8
2	3.5	1.1
3	3.2	0.1
6	3.2	0
8	3.3	0
10	3.2	0
12	3.3	0
14	3.2	0

比較例 1 の粒剤について

経過日数	化合物 A	化合物②
1	88.8	74.9
2	9.6	14.0
3	1.4	0.2
6	0	0.2
8	0	0.2
10	0	0.2
12	0	0.2
14	0	0.2

比較例 3 の粒剤について

経過日数	化合物 B	化合物②
1	98.7	80.3
2	1.3	6.2
3	0	4.7
6	0	4.3
8	0	3.8
10	0	0.7
12	0	0
14	0	0

(以下、余白)

27

上記第 2 表の結果より明らかな通り本発明の粒剤では、化合物 A および化合物 B が、粒剤中から長期間にわたって徐々に少しずつ水中へ溶出するように制御され、一方ヒエ剤である化合物②、化合物③、化合物④および化合物⑤は、速やかに水中へ溶出するように制御されている。

一方、比較例の粒剤では短時間に化合物 A および化合物 B が、粒剤中から水中へ溶出してしまい、2 日経過後には、ほとんどが流亡してしまう。

このことは実際の水田において、放出制御されていない比較例の粒剤では化合物 A および化合物 B によって、稲に対する被害が生じやすく除草効力の持続性も乏しいことを意味し、一方、本発明の粒剤では放出制御されているために、薬害の恐れが少なく且つ除草効力の持続性も有することを意味する。

(以下、余白)

28

### 試験例 3 止水条件および掛け流し条件における除草効果試験

30cm x 30cm x 15cm (縦 x 横 x 深さ) のプラスチック製ポットに水田土壌を詰め、水を入れて、代かきを行い、水深 4 cm の湛水条件とした。

このポットに所定量の前記実施例および比較例の粒剤を処理した。

止水条件の試験においては、粒剤処理後、水深 4 cm の湛水条件を維持しながら 6 日間放置し、この後、タイヌビエ、コナギおよびホタルイの種子を土中へ播種した。一方、掛け流し条件の試験においては、粒剤処理の翌日より定量ポンプで一定の水を、ポット中へ送り、水をポットよりオーバーフローさせて、1 日でポット中の水が全量、置き換わるようにした。この操作を 6 日間継続した。この後、タイヌビエ、コナギおよびホタルイの種子を土中へ播種した。播種後 30 日目に除草効果を下記の判定基準で調査した。結果を第 4 表に示す。

第 3 表中の殺草率は、肉眼観察で測定した。

29

30

## 判定基準

10	殺草率が100 %
9	" 90%以上
8	" 80~90%
7	" 70~80%
6	" 60~70%
5	" 50~60%
4	" 40~50%
3	" 30~40%
2	" 20~10%
1	" 10~20%
0	" 0~10%

(以下、余白)

第3表

	粒剤 の処 理量 (g/a)	有効 成分 の処 理量 (g/a)	タイムピエ		コナギ		ホタルイ	
			X	Y	X	Y	X	Y
実施例2	300	0.21 + 3.0	10	10	10	10	10	10
実施例3	300	0.21 + 15.0	10	10	10	10	10	10
実施例4	300	0.21 + 3.0+6.0	10	10	10	10	10	10
比較例1	300	0.21 + 3.0	10	10	10	10	10	6
比較例2	300	0.21 + 15.0	10	10	10	6	10	5

第3表中のXは止水条件で、Yは掛け流し条件である。

(以下、余白)

3 1

第3表の結果から明らかな通り、止水条件においては比較例の粒剤も本発明の粒剤も強い除草効果が認められ殺草力に有意差がなかったが、しかし、掛け流し条件（水田における実用場面に近い条件）では本発明の粒剤は、いずれの雑草に対しても十分な除草効果を示したが、比較例の粒剤では、除草効果が不充分である。

**試験例4 移植水稻に対する薬害の影響**

1/5000アールのワグネルポットに水田土壌を詰め水を入れて、代かきを行い、水深4cmの湛水条件とした。

このポットに2葉期の稲の苗を1ポット当たり2本定植し、定植3日後、所定量の粒剤を処理した。処理翌日より2日間にわたって、ポット底部から1日あたり2cmの早さで徐々に水を抜き、それ以後、水深4cmの湛水条件とした。

処理後30日目に稲に対する薬害の影響を調べるために稲の地上部の生体重を測定した。

結果を第4表に示す。第4表の数値は無処理区を100としたときの相対値を示す。

3 2

第4表

	粒剤 の処 理量 (g/a)	有効 成分 の処 理量 (g/a)	稲の 地上部 生体重
実施例2	300	0.21 + 3.0	102
	600	0.42 + 6.0	92
実施例3	300	0.21 + 15.0	100
	600	0.42 + 30.0	101
実施例4	300	0.21 + 3.0 + 6.0	100
	600	0.42 + 6.0 + 12.0	95

(以下、余白)

3 3

—27—

3 4

第 4 表 (続き)

	粒剤 の 処 理 量 (g/a)	有効成分 の 処 理 量 (g/a)	稲の 地上部 生 体 重
比較例 1	300	0.21 + 3.0	9 6
	600	0.42 + 6.0	6 8
比較例 2	300	0.21 + 15.0	9 9
	600	0.42 + 30.0	7 8

第 4 表の結果より明らかな通り、本発明の粒剤では、無処理区とほぼ同等で薬害は認められなかった。一方、比較例の粒剤では、薬害は認められ特に高薬量のときは薬害は著しい。

特許出願人 日産化学工業株式会社

3 5

第 1 頁の続き

優先権主張 ②昭63(1988)12月20日③日本(JP)④特願 昭63-321477  
 ⑥発 明 者 白 井 雄 太 埼玉県南埼玉郡白岡町大字白岡1470 日産化学工業株式会社生物科学研究所内  
 ⑥発 明 者 猪 飼 隆 埼玉県南埼玉郡白岡町大字白岡1470 日産化学工業株式会社生物科学研究所内